

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 979 113**

51 Int. Cl.:

D21C 3/00	(2006.01) B82Y 40/00	(2011.01)
D21C 3/04	(2006.01)	
D21C 5/00	(2006.01)	
D21C 9/00	(2006.01)	
D21C 9/10	(2006.01)	
D01F 2/02	(2006.01)	
C08B 1/02	(2006.01)	
C08B 1/06	(2006.01)	
C09K 8/10	(2006.01)	
C09K 8/62	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.09.2016 PCT/US2016/054284**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.04.2017 WO17058980**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.09.2016 E 16852536 (8)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.04.2024 EP 3356595**

54 Título: **Procedimientos para producir nanocelulosa y composiciones de nanocelulosa producidas a partir de los mismos**

30 Prioridad:

30.09.2015 US 201562235052 P
28.09.2016 US 201615278800

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
24.09.2024

73 Titular/es:

GRANBIO INTELLECTUAL PROPERTY HOLDINGS, LLC (100.0%)
300 McIntosh Parkway
Thomaston, GA 30286, US

72 Inventor/es:

NELSON, KIMBERLY y
RETSINA, THEODORA

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

ES 2 979 113 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimientos para producir nanocelulosa y composiciones de nanocelulosa producidas a partir de los mismos

CAMPO DE LA INVENCION

5 La presente invención se refiere, en general, a procedimientos para preparar compuestos celulósicos de alta viscosidad a partir de biomasa lignocelulósica.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

10 El refinado de biomasa (o biorrefinado) se ha vuelto más frecuente en la industria. Las fibras y azúcares de celulosa, los azúcares de hemicelulosa, la lignina, el gas de síntesis y los derivados de estos intermediarios se utilizan para la producción de productos químicos y combustibles. De hecho, ahora se está observando la comercialización de biorrefinerías integradas que son capaces de procesar la biomasa entrante de manera muy similar a como las refinerías de petróleo procesan ahora el petróleo crudo. Las materias primas de biomasa lignocelulósica subutilizadas tienen el potencial de ser mucho más baratas que el petróleo, en términos de carbono, así como mucho mejores desde el punto de vista del ciclo de vida ambiental.

15 La biomasa lignocelulósica es el material renovable más abundante en el planeta y desde hace tiempo se reconoce como una materia prima potencial para producir productos químicos, combustibles y materiales. Normalmente la biomasa lignocelulósica comprende principalmente celulosa, hemicelulosa y lignina. La celulosa y la hemicelulosa son polímeros naturales de azúcares, y la lignina es un polímero de hidrocarburo aromático/alifático que refuerza toda la red de biomasa. Algunas formas de biomasa (p. ej., materiales reciclados) no contienen hemicelulosa.

20 A pesar de ser el polímero natural más disponible en la Tierra, solo recientemente la celulosa ha ganado prominencia como material nanoestructurado, en forma de celulosa nanocristalina (NCC, por sus siglas en inglés), celulosa nanofibrilar (NFC, por sus siglas en inglés) y celulosa bacteriana (BC, por sus siglas en inglés). Se están desarrollando nanocelulosa y microcelulosa para su uso en una amplia diversidad de aplicaciones, tales como refuerzo de polímeros, películas antimicrobianas, envases de alimentos biodegradables, papeles de impresión, pigmentos y tintas, envases de papel y cartón, películas de barrera, adhesivos, materiales biocompuestos, cicatrización de heridas, productos farmacéuticos y administración de fármacos, textiles, polímeros hidrosolubles, materiales de construcción, componentes interiores y estructurales reciclables para la industria del transporte, modificadores de la reología, aditivos alimentarios bajos en calorías, espesantes para cosméticos, aglutinantes de comprimidos farmacéuticos, papel bioactivo, estabilizadores de pickering para emulsión y espumas estabilizadas en partículas, formulaciones de pinturas, películas para conmutación óptica y detergentes.

25 El petróleo y el gas natural son recursos fósiles comunes utilizados para la producción de combustibles para el transporte, calor y energía, materiales, productos químicos, adhesivos, productos farmacéuticos, polímeros, fibras y otros productos. Desde la perforación del primer pozo petrolero en 1859 y la introducción del motor de combustión interna, Estados Unidos ha sido un importante productor y consumidor de recursos fósiles.

30 En 2010, EE.UU. produjo más de 2 billones de barriles de petróleo y 26,8 trillones de pies cúbicos (0,8 trillones de metros cúbicos) de gas natural por un valor de más de 180 y 110 billones de dólares, respectivamente. Una cantidad importante de esta producción puede atribuirse a los avances en la perforación horizontal y la fracturación hidráulica. Se han liberado depósitos que antes eran irre recuperables, lo que garantiza el acceso a décadas de gas natural y petróleo nacionales.

35 Los depósitos de petróleo y gas natural se encuentran en todo Estados Unidos y el mundo. Se estima que la cantidad total de recursos de gas natural técnicamente recuperables en todo el mundo es de 22.600 trillones de pies cúbicos (6,78 trillones de metros cúbicos), de los cuales el gas de esquisto es de 6.622 trillones de pies cúbicos (1987 trillones de metros cúbicos) o casi el 30% (*World Shale Gas Resources: An Initial Assessment of 14 Regions Outside the United States*, Departamento de Energía y Administración de Información Energética de EE.UU., 2011). Se perforan pozos a cientos de metros de profundidad para poder acceder a los recursos. Una vez perforados, los pozos nuevos o los viejos pozos no productivos se fracturan hidráulicamente para estimular la producción.

40 Los fluidos de perforación o lodos se utilizan durante la perforación del pozo para enfriar la barrena, lubricar la sarta de perforación, suspender y transportar detritus, controlar la presión hidrostática y mantener la estabilidad. Los fluidos de perforación suelen ser a base de agua o aceite, pero pueden ser neumáticos. El agua o el aceite es el ingrediente principal de los fluidos de perforación líquidos. También se añaden barita, arcilla, polímeros, diluyentes, tensioactivos, productos químicos inorgánicos, materiales puente, materiales de pérdida de circulación y productos químicos especializados para diseñar las propiedades de los fluidos de perforación.

45 La fracturación hidráulica se desarrolló en la década de 1940 para aumentar la productividad de los pozos de petróleo y gas. La fracturación hidráulica crea y mantiene grietas dentro de las formaciones de petróleo y gas, proporcionando un camino claro para que fluyan el petróleo y el gas. La fracturación se puede realizar en pozos verticales y horizontales. Durante una operación de fracturación, se realizan perforaciones a través de un revestimiento de cemento hacia la formación de petróleo y gas utilizando cargas explosivas. Los fluidos de fracturación se inyectan en el pozo a altas presiones para crear nuevas grietas al tiempo que se expanden y alargan aún más las grietas (*Hydraulic Fracturing: Unlocking America's Natural Gas*

50 *Resources*, American Petroleum Institute, 2010).

Los fluidos de fracturación están compuestos principalmente de agua (87-94 %) y agente apuntalante tal como arena (4-9 %). La arena mezclada con los fluidos de fracturación se utiliza para apuntalar las grietas abiertas de la formación y mantener un camino despejado para el petróleo y el gas natural. El fluido de fracturación restante (0,5-3 %) está compuesto de sustancias químicas que ayudan en el proceso de fracturación. Los aditivos químicos se mezclan con el fluido de perforación dependiendo del pozo y las propiedades de la formación. Los productos químicos se utilizan para disolver minerales, reducir la fricción, prevenir incrustaciones, mantener las propiedades del fluido (viscosidad, pH, etc.), eliminar bacterias (biocida), suspender la arena, prevenir la precipitación de óxidos metálicos, prevenir la corrosión, estabilizar el fluido, la formación y el pozo, espesar el líquido (agente gelificante) y descomponer el gel (quebrador).

El fluido de fracturación hidráulica se fabrica mediante un procedimiento paso a paso y se diseña cuidadosamente para llevar a cabo el proceso de fracturación hidráulica. En su forma más básica, primero se añade un agente gelificante (típicamente goma guar) al agua y se hidrata. Luego se agrega un quebrador (oxidante o enzima) que romperá los enlaces del gel después de ser bombeado al pozo. Luego se añade a la solución un agente reticulante tal como borato, que inmediatamente forma una solución gelificada viscosa. El propósito del gel es suspender el agente apuntalante mientras se bombea hacia el pozo, en donde se encaja en las fracturas de la formación que las separan.

Finalmente, el fluido de fracturación debe retirarse del pozo dejando el agente apuntalante en las fracturas para mantener canales abiertos para que fluya el petróleo o el gas. Con el fin de bombear el fluido de fracturación fuera del pozo y dejar atrás el apuntalante, el gel viscoso debe descomponerse hasta una viscosidad inferior a 100 cP. Dado que el fluido de fracturación se bombea al pozo en etapas, se mezclan cantidades precisas de rompedor con el fluido de fracturación para romper toda la solución de gel simultáneamente. Una vez que se rompe todo el gel, el fluido de fracturación se bombea de regreso a la superficie en donde se almacena en estanques de retención o se saca del pozo para su tratamiento y eliminación.

Lo que se necesita en la técnica son métodos y productos que minimicen el impacto medioambiental y los costos de perforación, tratamiento y fracturación hidráulica para petróleo y gas. Se desean composiciones mejoradas, incluidas composiciones derivadas de biomasa. Si bien los materiales a base de celulosa han sido generalmente reconocidos como posibles componentes en fluidos de perforación y fracturación, hasta ahora no ha habido un proceso económico para proporcionar materiales a base de celulosa, con propiedades ajustables para diferentes tipos de fluidos y aditivos.

SUMARIO DE LA INVENCION

La presente invención aborda las necesidades antes mencionadas en la técnica. La información técnica expuesta a continuación puede en algunos aspectos ir más allá del alcance de la presente invención, que está definida por las reivindicaciones adjuntas. La información técnica adicional se proporciona para situar la presente invención en un contexto técnico más amplio e ilustrar posibles desarrollos técnicos relacionados.

La presente invención proporciona un procedimiento para producir un material de nanocelulosa, comprendiendo el procedimiento:

(a) proporcionar una materia prima de biomasa lignocelulósica;

(b) digerir la materia prima con una solución de reacción que consiste esencialmente en (i) vapor y/o (ii) agua caliente en un digestor en condiciones de reacción eficaces para producir una corriente digerida que contiene sólidos ricos en celulosa, oligómeros de hemicelulosa y lignina, en donde la etapa (b) se lleva a cabo a una temperatura de digestión de 140 °C a 210 °C;

(c) opcionalmente, lavar los sólidos ricos en celulosa para eliminar al menos una parte de los oligómeros de hemicelulosa y/o al menos una parte de la lignina de los sólidos ricos en celulosa;

(d) tratar mecánicamente los sólidos ricos en celulosa para formar un material de nanocelulosa que contiene nanofibrillas de celulosa y/o nanocristales de celulosa; y

(e) recuperar el material de nanocelulosa.

El procedimiento puede incluir, además, el tratamiento de los sólidos ricos en celulosa con una o más enzimas (p. ej., celulasas) o con uno o más ácidos, tales como dióxido de azufre, ácido sulfuroso, ácido lignosulfónico, ácido acético, ácido fórmico o combinaciones de los mismos. El procedimiento puede incluir, además, el tratamiento de los sólidos ricos en celulosa con calor. En algunas realizaciones, las etapas (b)-(d) no emplean enzimas ni ácidos añadidos externamente.

El material de nanocelulosa puede incluir nanofibrillas de celulosa o una mezcla de nanofibrillas de celulosa y nanocristales de celulosa. El material de nanocelulosa también puede incluir lignina, incluyendo partículas de lignina de menos de 1 micra de diámetro. El procedimiento puede incluir blanquear los sólidos ricos en celulosa y/o blanquear el material de nanocelulosa.

En algunas realizaciones, el procedimiento comprende, además, recuperar, fermentar o tratar adicionalmente azúcares hemicelulósicos derivados de los oligómeros de hemicelulosa. Por ejemplo, los azúcares hemicelulósicos se pueden fermentar hasta obtener un producto de fermentación tal como (pero sin limitarse a) etanol.

En algunas realizaciones, el procedimiento comprende, además, hidrolizar una parte de los sólidos ricos en celulosa para dar glucosa, recuperar la glucosa y, opcionalmente, fermentar la glucosa hasta obtener un producto de fermentación, tal como n-butanol o 1,4-butanodiol.

- 5 El procedimiento puede incluir, además, recuperar, quemar o tratar adicionalmente la lignina que se lava de los sólidos ricos en celulosa. Parte o toda la lignina inicial (en la materia prima de partida) puede convertirse en parte del material de nanocelulosa, que será al menos parcialmente hidrófobo debido a la presencia de lignina.

- 10 En algunas realizaciones, el procedimiento comprende, además, convertir químicamente el material de nanocelulosa en uno o más derivados de nanocelulosa. Por ejemplo, los derivados de nanocelulosa se pueden seleccionar del grupo que consiste en ésteres de nanocelulosa, éteres de nanocelulosa, ésteres de éter de nanocelulosa, compuestos de nanocelulosa alquilados, compuestos de nanocelulosa reticulados, compuestos de nanocelulosa funcionalizados con ácidos, compuestos de nanocelulosa funcionalizados con bases y combinaciones de los mismos.

En determinadas realizaciones, la etapa (d) incluye el refinado en disco seguido de homogeneización de los sólidos ricos en celulosa. La etapa (d), o una parte de la misma, se puede realizar con una consistencia de sólidos de al menos el 10 % en peso, tal como al menos el 20 % en peso.

- 15 El procedimiento incluye, en algunas realizaciones, explotar las fibras de celulosa contenidas en los sólidos ricos en celulosa. La explosión de fibras se puede lograr utilizando explosión de vapor y/o reducción rápida de presión, por ejemplo. En determinadas realizaciones, la etapa (d) utiliza un refinador de línea de soplado, opcionalmente con reducción de presión.

También se describe un procedimiento para producir un modificador de la reología derivado de biomasa a partir de biomasa celulósica, comprendiendo el procedimiento:

- 20 (a) proporcionar una materia prima que comprende biomasa celulósica;
- (b) digerir la materia prima con una solución de reacción que incluye vapor y/o agua caliente en un digestor en condiciones de reacción eficaces para producir una corriente digerida que contiene sólidos ricos en celulosa, oligómeros de hemicelulosa y lignina;
- 25 (c) refinar los sólidos ricos en celulosa en una primera unidad de refinado de alta intensidad, generando con ello sólidos de celulosa refinada;
- (d) lavar los sólidos de celulosa refinada después de la etapa (c), y/o lavar la corriente digerida antes de la etapa (c), seguido del refinado, generando con ello sólidos de celulosa refinados lavados;
- (e) gelificar los sólidos de celulosa refinada lavados en una segunda unidad de refinado de alta intensidad, generando con ello sólidos de celulosa gelificados; y
- 30 (f) homogeneizar los sólidos de celulosa gelificada en un homogeneizador de alto cizallamiento, generando con ello un modificador de reología derivado de biomasa que contiene nanofibrillas de celulosa, nanocristales de celulosa o una mezcla de nanofibrillas de celulosa y nanocristales de celulosa.

Opcionalmente, el procedimiento comprende, además, limpiar en húmedo o en seco la materia prima antes de la etapa (b). Opcionalmente, ya sea que se limpie o no la materia prima, el procedimiento comprende, además, reducir el tamaño de la materia prima antes de la etapa (b).

- 35

La etapa (b) se puede realizar a una temperatura de digestión de aproximadamente 140 °C a aproximadamente 210 °C. La etapa (b) puede realizarse durante un tiempo de digestión de aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 45 minutos. La etapa (b) se puede realizar con una relación en peso líquido/sólido de aproximadamente 2 a aproximadamente 6.

- 40 El procedimiento puede incluir una reducción de la presión de la corriente digerida mediante soplado en caliente o en frío, después de la etapa (b).

La primera unidad de refinado de alta intensidad puede utilizar, por ejemplo, discos o una placa cónica. En diversas realizaciones, la primera unidad de refinado de alta intensidad transfiere energía a los sólidos ricos en celulosa en una cantidad de aproximadamente 20 kW/tonelada a aproximadamente 200 kW/tonelada (base completamente seca).

- 45 El lavado en la etapa (d) se puede realizar a una temperatura de aproximadamente 18 °C a aproximadamente 95 °C. En algunas realizaciones, el lavado en la etapa (d) utiliza una prensa de tornillo presurizada.

La segunda unidad de refinado de alta intensidad puede utilizar, por ejemplo, discos o una placa cónica. La primera y segunda unidades de refinado de alta intensidad tienen preferiblemente diferentes patrones con diferentes dimensiones de ranura y dique. En diversas realizaciones, la segunda unidad de refinado de alta intensidad transfiere energía a los sólidos de celulosa refinada lavada en una cantidad de aproximadamente 20 kW/tonelada a aproximadamente 200 kW/tonelada (base completamente seca).

- 50

En algunas realizaciones, el homogeneizador de alto cizallamiento transfiere una fuerza de cizallamiento equivalente a una fuerza de cizallamiento producida bajo una presión de aproximadamente 10.000 psig (689 bares) a aproximadamente 25.000 psig (1723 bares).

5 En algunas realizaciones, los sólidos de celulosa refinada lavados se almacenan durante un período de tiempo antes de la etapa (e). La etapa (e) puede realizarse en un lugar diferente al de las etapas (a)-(d). Además, la etapa (f) puede realizarse en una ubicación diferente a las etapas (a)-(e).

También se describe un procedimiento para producir un modificador de reología derivado de biomasa a partir de biomasa celulósica, comprendiendo el procedimiento:

(a) proporcionar una materia prima pretratada que comprende sólidos ricos en celulosa;

10 (b) refinar los sólidos ricos en celulosa en una primera unidad de refinado de alta intensidad, generando con ello sólidos de celulosa refinada;

(c) opcionalmente lavar los sólidos de celulosa refinada después de la etapa (b) y/u, opcionalmente, lavar la corriente digerida antes de la etapa (b) seguido del refinado, generando con ello sólidos de celulosa refinados lavados;

15 (d) gelificar los sólidos de celulosa refinada lavados en una segunda unidad de refinado de alta intensidad, generando de este modo sólidos de celulosa gelificados; y

(e) homogeneizar los sólidos de celulosa gelificada en un homogeneizador de alto cizallamiento, generando con ello un modificador de reología derivado de biomasa que contiene nanofibrillas de celulosa.

20 En algunas realizaciones, la materia prima pretratada es pasta kraft derivada de madera o biomasa lignocelulósica. En algunas realizaciones, la materia prima pretratada es pasta al sulfito derivada de madera o biomasa lignocelulósica. En algunas realizaciones, la materia prima pretratada es pasta de sosa derivada de madera o biomasa lignocelulósica. En algunas realizaciones, la materia prima pretratada es pasta mecánica derivada de madera o biomasa lignocelulósica. En algunas realizaciones, la materia prima pretratada es pasta termomecánica derivada de madera o biomasa lignocelulósica. En algunas realizaciones, la materia prima pretratada es pasta quimiomecánica derivada de madera o biomasa lignocelulósica.

25 En determinadas realizaciones, la materia prima pretratada se obtiene a partir del fraccionamiento de biomasa lignocelulósica en presencia de agua, un catalizador ácido y un disolvente para lignina. En algunas realizaciones, la materia prima pretratada puede ser pasta AVAP® derivada de madera o biomasa lignocelulósica. En determinadas realizaciones, la materia prima pretratada se obtiene a partir de la extracción con vapor o agua caliente de biomasa lignocelulósica. La materia prima pretratada puede ser pasta GP3+® derivada de madera o biomasa lignocelulósica.

30 También se describe una formulación o aditivo de fluido de fracturación hidráulica a base de agua que comprende (i) un material de nanocelulosa producido de acuerdo con un procedimiento como se describe o (ii) un modificador de reología derivado de biomasa producido de acuerdo con un procedimiento como se describe.

También se describe una formulación o aditivo de fluido de fracturación hidráulica a base de aceite que comprende (i) un material de nanocelulosa producido de acuerdo con el procedimiento descrito o (ii) un modificador de reología derivado de biomasa producido de acuerdo con el procedimiento descrito.

35 También se describe una formulación o aditivo de fluido de perforación a base de agua que comprende (i) un material de nanocelulosa producido de acuerdo con el procedimiento descrito o (ii) un modificador de la reología derivado de biomasa producido de acuerdo con el procedimiento descrito.

40 También se describe una formulación o aditivo de fluido de perforación a base de aceite que comprende (i) un material de nanocelulosa producido de acuerdo con el procedimiento descrito o (ii) un modificador de reología derivado de biomasa producido de acuerdo con el procedimiento descrito.

También se describe un material compuesto de polímero-nanocelulosa que comprende (i) un material de nanocelulosa producido de acuerdo con el procedimiento descrito o (ii) un modificador de la reología derivado de biomasa producido de acuerdo con el procedimiento descrito.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

45 La FIG. 1A es una imagen SEM de nanofibrillas de celulosa y nanocristales de celulosa producidos en algunas realizaciones.

La FIG. 1B es una imagen SEM de nanofibrillas de celulosa y nanocristales de celulosa producidos en algunas realizaciones.

50 La FIG. 1C es una imagen SEM de nanofibrillas de celulosa y nanocristales de celulosa producidos en algunas realizaciones.

La FIG. 2 es un diagrama de flujo de bloques simplificado que representa el procedimiento de algunas realizaciones de la presente invención.

La FIG. 3 es un diagrama de flujo de bloques simplificado que representa el procedimiento de algunas realizaciones de la presente invención.

5 La FIG. 4 es un diagrama de flujo de bloques simplificado que representa el procedimiento de diversas realizaciones de la presente invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE REALIZACIONES DE LA INVENCION

10 Esta descripción permitirá a un experto en la técnica realizar y utilizar la invención, y describe varias realizaciones, adaptaciones, variaciones, alternativas y usos de la invención. Estas y otras realizaciones, características y ventajas de la presente invención resultarán más evidentes para los expertos en la técnica cuando se tomen con referencia a la siguiente descripción detallada de la invención junto con los dibujos adjuntos.

15 Tal como se utiliza en esta memoria descriptiva y en las reivindicaciones adjuntas, las formas en singular "un", "una" y "el", "la" incluyen referentes en plural, a menos que el contexto indique claramente lo contrario. A menos que se defina lo contrario, todas las exposiciones y los términos técnicos y científicos utilizados en esta memoria tienen el mismo significado que entiende comúnmente un experto ordinario en la técnica a la que pertenece esta invención. Todos los números de composición e intervalos basados en porcentajes son porcentajes en peso, a menos que se indique lo contrario. Todos los intervalos de números o condiciones están destinados a abarcar cualquier valor específico contenido dentro del intervalo, redondeado a cualquier punto decimal adecuado.

20 A menos que se indique lo contrario, todos los números que expresan condiciones de reacción, estequiometrías, concentraciones de componentes, etc. utilizados en la memoria descriptiva y las reivindicaciones deben entenderse modificados en todos los casos por el término "aproximadamente". Por consiguiente, a menos que se indique lo contrario, los parámetros numéricos establecidos en la siguiente memoria descriptiva y las reivindicaciones adjuntas son aproximaciones que pueden variar dependiendo al menos de una técnica analítica específica.

25 La expresión "que comprende", que es sinónima de "que incluye", "que contiene" o "caracterizado por" es inclusiva o abierta y no excluye elementos o etapas del método adicionales no mencionados. "Que comprende" es una expresión técnica utilizada en el lenguaje de las reivindicaciones, lo que significa que los elementos de la reivindicación nombrados son esenciales, pero se pueden añadir otros elementos de la reivindicación y seguir formando una construcción dentro del alcance de la reivindicación.

30 Tal como se utiliza en esta memoria, la expresión "que consiste en" excluye cualquier elemento, etapa o ingrediente no especificado en la reivindicación. Cuando la expresión "consiste en" (o variaciones de la misma) aparece en una cláusula del cuerpo de una reivindicación, en lugar de inmediatamente después del preámbulo, limita únicamente el elemento establecido en esa cláusula; otros elementos no están excluidos de la reivindicación en su conjunto. Tal como se utiliza en esta memoria, la expresión "que consiste esencialmente en" limita el alcance de una reivindicación a los elementos o etapas del método especificados, más aquellos que no afectan materialmente a la base y la o las características novedosas de la materia objeto reivindicada.

35 Con respecto a las expresiones "que comprende", "que consiste en" y "que consiste esencialmente en", en que una de estas tres expresiones se utiliza en esta memoria, la materia objeto actualmente descrita y reivindicada puede incluir el uso de cualquiera de las otras dos expresiones. Por lo tanto, en algunas realizaciones que no se mencionan explícitamente de otra manera, cualquier caso de "que comprende" puede reemplazarse por "que consiste en" o, alternativamente, por "que consiste esencialmente en".

40 Algunas variaciones se basan en el descubrimiento de un procedimiento sorprendentemente simple para convertir biomasa lignocelulósica en azúcares fermentables. La biomasa puede someterse a un empapamiento con vapor o agua caliente para obtener hemicelulosas disueltas, con o sin reciclaje de ácido acético. A esta etapa le sigue el refinado mecánico, tal como en un refinador de soplado en caliente, de los sólidos ricos en celulosa (y ricos en lignina). Luego, los sólidos refinados se hidrolizan enzimáticamente para generar azúcares. Puede incluirse una etapa de extracción para eliminar los inhibidores de la fermentación en el hidrolizado.

45 A continuación se describirán determinadas realizaciones ejemplares de la invención. Estas realizaciones no pretenden limitar el alcance de la invención tal como se reivindica. Se puede variar el orden de las etapas, se pueden omitir algunas etapas y/o se pueden añadir otras etapas. La referencia en esta memoria a la primera etapa, segunda etapa, etc. tiene fines ilustrativos únicamente. En los dibujos, las líneas de puntos indican corrientes o unidades opcionales.

Algunas variaciones de la presente invención se postulan en procedimientos relativamente simples para generar compuestos de alta viscosidad elaborados a partir de biomasa celulósica. Los compuestos de alta viscosidad actuarán como modificadores de la reología cuando se mezclen en pequeñas proporciones con diferentes fluidos, tales como fluidos de perforación, pinturas, etc.

- En formulaciones de fluidos de fracturación hidráulica, particularmente formulaciones a base de agua, pero también para formulaciones a base de aceite, estas composiciones pueden funcionar como agentes gelificantes. La fácil mezcladura y manipulación permite la personalización de las características de cada uno de los depósitos. Varias propiedades de estos modificadores de reología presentan grandes ventajas en comparación con los productos disponibles actualmente en el mercado. Algunas de estas propiedades son una mayor estabilidad térmica, una fuerte dilución por cizallamiento, cualidades tixotrópicas y solubilidad en agua. Otra propiedad importante de estos nuevos compuestos es que son biodegradables y para su producción no se utilizan productos químicos distintos de biomasa y agua.
- Algunas variaciones proporcionan un procedimiento para producir un material de nanocelulosa, comprendiendo el procedimiento:
- 10 (a) proporcionar una materia prima de biomasa lignocelulósica;
 - (b) digerir la materia prima con una solución de reacción que consiste esencialmente en (i) vapor y/o (ii) agua caliente en un digestor en condiciones de reacción eficaces para producir una corriente digerida que contiene sólidos ricos en celulosa, oligómeros de hemicelulosa y lignina, en donde la etapa (b) se lleva a cabo a una temperatura de digestión de 140 °C a 210 °C;
 - 15 (c) opcionalmente, lavar los sólidos ricos en celulosa para eliminar al menos una parte de los oligómeros de hemicelulosa y/o al menos una parte de la lignina de los sólidos ricos en celulosa;
 - (d) tratar mecánicamente los sólidos ricos en celulosa para formar un material de nanocelulosa que contiene nanofibrillas de celulosa y/o nanocristales de celulosa; y
 - (e) recuperar el material de nanocelulosa.
 - 20 El procedimiento puede incluir, además, el tratamiento de los sólidos ricos en celulosa con una o más enzimas (p. ej., celulasas) o con uno o más ácidos, tales como dióxido de azufre, ácido sulfuroso, ácido lignosulfónico, ácido acético, ácido fórmico o combinaciones de los mismos. El procedimiento puede incluir, además, el tratamiento de los sólidos ricos en celulosa con calor. En algunas realizaciones, las etapas (b)-(d) no emplean enzimas ni ácidos añadidos externamente.
 - 25 El material de nanocelulosa puede incluir nanofibrillas de celulosa o una mezcla de nanofibrillas de celulosa y nanocristales de celulosa. Las FIGs. 1A-1C muestran imágenes SEM de nanocelulosa ejemplar producida experimentalmente, refinando y homogeneizando material producido a partir de la extracción de biomasa con agua caliente. El material de nanocelulosa también puede incluir lignina, incluyendo partículas de lignina de menos de 1 micra de diámetro. El procedimiento puede incluir blanquear los sólidos ricos en celulosa y/o blanquear el material de nanocelulosa después de su producción.
 - 30 En algunas realizaciones, el procedimiento comprende, además, recuperar, fermentar o tratar adicionalmente azúcares hemicelulósicos derivados de los oligómeros de hemicelulosa. Por ejemplo, los azúcares hemicelulósicos se pueden fermentar hasta obtener un producto de fermentación, tal como (pero sin limitarse a) etanol.
 - En algunas realizaciones, el procedimiento comprende, además, hidrolizar una parte de los sólidos ricos en celulosa en glucosa, recuperar la glucosa y, opcionalmente, fermentar la glucosa hasta obtener un producto de fermentación, tal como n-butanol o 1,4-butanodiol.
 - 35 El procedimiento puede incluir, además, recuperar, quemar o tratar adicionalmente la lignina que se lava de los sólidos ricos en celulosa. Parte o toda la lignina inicial (en la materia prima de partida) puede convertirse en parte del material de nanocelulosa, que será al menos parcialmente hidrófobo debido a la presencia de lignina.
 - En algunas realizaciones, el procedimiento comprende, además, convertir químicamente el material de nanocelulosa en uno o más derivados de nanocelulosa. Por ejemplo, los derivados de nanocelulosa se pueden seleccionar del grupo que consiste
 - 40 en ésteres de nanocelulosa, éteres de nanocelulosa, ésteres de éter de nanocelulosa, compuestos de nanocelulosa alquilados, compuestos de nanocelulosa reticulados, compuestos de nanocelulosa funcionalizados con ácidos, compuestos de nanocelulosa funcionalizados con bases y combinaciones de los mismos.
 - En determinadas realizaciones, la etapa (d) incluye refinado en disco, seguido de homogeneización de los sólidos ricos en celulosa. La etapa (d), o una parte de la misma, se puede realizar con una consistencia de sólidos de al menos el 10 % en peso, tal como al menos el 20 % en peso.
 - 45 El procedimiento incluye, en algunas realizaciones, explotar fibras de celulosa contenidas en los sólidos ricos en celulosa. La explosión de fibras se puede lograr utilizando explosión de vapor y/o reducción rápida de presión, por ejemplo. En determinadas realizaciones, la etapa (d) utiliza un refinador de línea de soplado, opcionalmente con reducción de presión.
 - 50 Las FIGs. 2, 3 y 4 representan diversas realizaciones del procedimiento de esta divulgación. Las líneas de puntos designan flujos opcionales u operaciones unitarias.
 - También se describe un procedimiento para producir un modificador de reología derivado de biomasa a partir de biomasa celulósica, comprendiendo el procedimiento:

- (a) proporcionar una materia prima que comprende biomasa celulósica;
- (b) digerir la materia prima con una solución de reacción que incluye vapor y/o agua caliente en un digestor en condiciones de reacción eficaces para producir una corriente digerida que contiene sólidos ricos en celulosa, oligómeros de hemicelulosa y lignina;
- 5 (c) refinar los sólidos ricos en celulosa en una primera unidad de refinación de alta intensidad, generando con ello sólidos de celulosa refinada;
- (d) lavar los sólidos de celulosa refinada después de la etapa (c), y/o lavar la corriente digerida antes de la etapa (c), seguido del refinado, generando con ello sólidos de celulosa refinados lavados;
- 10 (e) gelificar los sólidos de celulosa refinada lavados en una segunda unidad de refinado de alta intensidad, generando con ello sólidos de celulosa gelificados; y
- (f) homogeneizar los sólidos de celulosa gelificada en un homogeneizador de alto cizallamiento, generando con ello un modificador de la reología derivado de biomasa que contiene nanofibrillas de celulosa, nanocristales de celulosa o una mezcla de nanofibrillas de celulosa y nanocristales de celulosa.
- 15 Opcionalmente, el procedimiento comprende, además, limpiar en húmedo o en seco la materia prima antes de la etapa (b). Opcionalmente, se limpie o no la materia prima, el procedimiento comprende, además, reducir el tamaño de la materia prima antes de la etapa (b).
- La etapa (b) se puede realizar a una temperatura de digestión de aproximadamente 140 °C a aproximadamente 210 °C. La etapa (b) puede realizarse durante un tiempo de digestión de aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 45 minutos. La etapa (b) se puede realizar con una relación ponderal líquido/sólido de aproximadamente 2 a aproximadamente 6.
- 20 El procedimiento puede incluir una reducción de la presión de la corriente digerida mediante soplado en caliente o en frío, después de la etapa (b).
- La primera unidad de refinado de alta intensidad puede utilizar, por ejemplo, discos o una placa cónica. En diversas realizaciones, la primera unidad de refinado de alta intensidad transfiere energía a los sólidos ricos en celulosa en una cantidad de aproximadamente 20 kW/tonelada a aproximadamente 200 kW/tonelada (base completamente seca).
- 25 El lavado en la etapa (d) se puede realizar a una temperatura de aproximadamente 18 °C a aproximadamente 95 °C. En algunas realizaciones, el lavado en la etapa (d) utiliza una prensa de tornillo presurizada.
- La segunda unidad de refinado de alta intensidad puede utilizar, por ejemplo, discos o una placa cónica. La primera y segunda unidades de refinado de alta intensidad tienen preferentemente diferentes patrones con diferentes dimensiones de ranura y dique. En diversas realizaciones, la segunda unidad de refinado de alta intensidad transfiere energía a los sólidos de celulosa refinada lavada en una cantidad de aproximadamente 20 kW/tonelada a aproximadamente 200 kW/tonelada (base completamente seca).
- 30 En algunas realizaciones, el homogeneizador de alto cizallamiento transfiere una fuerza de cizallamiento equivalente a una fuerza de cizallamiento producida bajo una presión de aproximadamente 10.000 psig (689 bares) a aproximadamente 25.000 psig (1723 bares).
- 35 En algunas realizaciones, los sólidos de celulosa refinada lavados se almacenan durante un período de tiempo antes de la etapa (e). La etapa (e) puede realizarse en un lugar diferente al de las etapas (a)-(d). Además, la etapa (f) puede realizarse en una ubicación diferente a las etapas (a)-(e).
- También se describe un procedimiento para producir un modificador de reología derivado de biomasa a partir de biomasa celulósica, comprendiendo el procedimiento:
- 40 (a) proporcionar una materia prima pretratada que comprende sólidos ricos en celulosa;
- (b) refinar los sólidos ricos en celulosa en una primera unidad de refinado de alta intensidad, generando con ello sólidos de celulosa refinada;
- (c) opcionalmente, lavar los sólidos de celulosa refinada después de la etapa (b) y/u, opcionalmente, lavar la corriente digerida antes de la etapa (b) seguido del refinado, generando con ello sólidos de celulosa refinada lavados;
- 45 (d) gelificar los sólidos de celulosa refinada lavados en una segunda unidad de refinado de alta intensidad, generando con ello sólidos de celulosa gelificados; y
- (e) homogeneizar los sólidos de celulosa gelificada en un homogeneizador de alto cizallamiento, generando con ello un modificador de la reología derivado de biomasa que contiene nanofibrillas de celulosa.
- En algunas realizaciones, la materia prima pretratada es pasta kraft derivada de madera o biomasa lignocelulósica. En algunas realizaciones, la materia prima pretratada es pasta al sulfito derivada de madera o biomasa lignocelulósica. En algunas
- 50

realizaciones, la materia prima pretratada es pasta de sosa derivada de madera o biomasa lignocelulósica. En algunas realizaciones, la materia prima pretratada es pasta mecánica derivada de madera o biomasa lignocelulósica. En algunas realizaciones, la materia prima pretratada es pasta termomecánica derivada de madera o biomasa lignocelulósica. En algunas realizaciones, la materia prima pretratada es pasta quimiomecánica derivada de madera o biomasa lignocelulósica.

5 En determinadas realizaciones, la materia prima pretratada se obtiene a partir del fraccionamiento de biomasa lignocelulósica en presencia de agua, un catalizador ácido y un disolvente para lignina. En algunas realizaciones, la materia prima pretratada puede ser pasta AVAP® derivada de madera o biomasa lignocelulósica. En determinadas realizaciones, la materia prima pretratada se obtiene a partir de la extracción con vapor o agua caliente de biomasa lignocelulósica. La materia prima pretratada puede ser pasta GP3+® derivada de madera o biomasa lignocelulósica.

10 Las variaciones descritas en esta memoria proporcionan una formulación o aditivo de fluido de fracturación hidráulica a base de agua que comprende (i) un material de nanocelulosa producido de acuerdo con un procedimiento como se describe o (ii) un modificador de la reología derivado de biomasa, producido de acuerdo con un procedimiento como se describe.

Las variaciones descritas en esta memoria proporcionan una formulación o aditivo de fluido de fracturación hidráulica a base de aceite que comprende (i) un material de nanocelulosa producido de acuerdo con el procedimiento descrito o (ii) un modificador de la reología derivado de biomasa producido de acuerdo con el procedimiento descrito.

15

Las variaciones descritas en esta memoria proporcionan una formulación o aditivo de fluido de perforación a base de agua que comprende (i) un material de nanocelulosa producido de acuerdo con el procedimiento descrito o (ii) un modificador de la reología derivado de biomasa producido de acuerdo con el procedimiento descrito.

20 Las variaciones descritas en esta memoria proporcionan una formulación o aditivo de fluido de perforación a base de aceite que comprende (i) un material de nanocelulosa producido de acuerdo con el procedimiento descrito o (ii) un modificador de la reología derivado de biomasa producido de acuerdo con el procedimiento descrito.

Algunas variaciones proporcionan un material compuesto de polímero-nanocelulosa que comprende (i) un material de nanocelulosa producido de acuerdo con el procedimiento descrito o (ii) un modificador de la reología derivado de biomasa producido de acuerdo con el procedimiento descrito. Polímeros ejemplares incluyen, pero no se limitan a polilactida, poli(alcohol vinílico), polietileno, polipropileno, etc.

25

Generalmente, la materia prima podría ser "biomasa residual" con alto contenido de celulosa, típicamente entre 25 % y 75 % en peso de biomasa, pero sin limitación. En algunos casos, se puede utilizar pasta de madera como materia prima inicial. Algunas realizaciones emplean las siguientes etapas:

30 1. Después de la limpieza en seco y/o en húmedo, la biomasa se reduce de tamaño, típicamente utilizando un juego de cuchillos, una trituradora, un molino de martillos o una combinación de los mismos.

2. Luego, la biomasa limpia y reducida en tamaño se somete a un "tratamiento con agua caliente" (HWE, por sus siglas en inglés) que permite la extracción de compuestos solubilizados. Este tratamiento térmico se realiza de forma continua o discontinua, sometiendo la biomasa a vapor a presión a una temperatura entre 140 °C y 210 °C, generalmente entre 175 °C y 195 °C durante un periodo de tiempo entre 5 minutos y 45 minutos, generalmente entre 15 minutos y 30 minutos. La relación de líquido (agua y vapor condensado) a sólido (biomasa completamente seca) es de 2 a 1 a 6 a 1, tal como de 3 a 1 a 3,5 a 1. Esta etapa podría denominarse "cocción", "digestión", "deconstrucción" o "fraccionamiento", por ejemplo.

35

3. A continuación puede haber un "soplado" (es decir, una reducción de la presión), que podría ser una reducción gradual de la presión que podría denominarse un "soplado en frío". Si se trata de una reducción repentina de la presión, esto puede denominarse un "soplado en caliente".

40

4. Luego viene una etapa de reducción de tamaño adicional con el propósito de aumentar la superficie específica de la fibra mediante corte mecánico de la fibra utilizando un "refinador de pasta de alta intensidad" que podría incluir una placa o discos cónicos. Durante esta etapa, existe una necesidad de transferencia de energía a la pasta entre 20 kw/tonelada BD y 200 kw/tonelada BD, preferiblemente entre 75 kw/tonelada BD y 150 kw/tonelada BD.

45 5. Opcionalmente se inserta una operación de lavado de pasta entre la etapa de soplado y el refinador de alta intensidad o después del refinador de pasta de alta intensidad. El lavado de pasta sirve para separar la pasta (la fracción sólida) y el producto solubilizado con vapor de agua durante el tratamiento térmico, es decir, la fracción líquida. Esto podría lograrse en un proceso discontinuo o en una operación continua. En cualquier caso, la pasta se lava adicionalmente con agua. El agua de lavado podría estar a una temperatura entre 18 °C y 95 °C, preferiblemente entre 70 °C y 80 °C, por ejemplo.

50 6. Después del lavado con agua opcional, que podría ser en contracorriente o en isocorriente, la pasta puede dirigirse al refinador de pasta de alta intensidad o a un recipiente de almacenamiento. El lavado continuo de pasta en contracorriente se realizará preferiblemente inmediatamente después del soplado en caliente, utilizando uno o más de varios sistemas de separación sólido-líquido disponibles comercialmente, tales como una prensa de tornillo presurizada.

7. A continuación, la pasta se envía a un segundo refinador de disco, para transformar fuertemente la desfibrilación de la pasta para dar un producto tipo gel generado por gelificación. Durante esta etapa, existe la necesidad de transferencia de energía a la pasta entre 20 kw/tonelada BD y 200 kw/tonelada BD, preferiblemente entre 75 kw/tonelada BD y 150 kw/tonelada BD. La configuración de las placas para el primer refinador ("refinador de pasta de alta intensidad") y el segundo ("segundo refinador de disco") tienen diferentes patrones con diferentes relaciones de dimensiones de ranura y dique
8. A continuación, el producto tipo gel se envía a una operación unitaria que contiene un homogeneizador de alto cizallamiento, en donde se aplica un cizallamiento de alta intensidad similar a un cizallamiento equivalente producido a menos de 10 000 psig (689 bares) y 25 000 psig (1723 bares).
- En algunas realizaciones, este procedimiento crea compuestos de alta viscosidad con un tamaño entre 1 micra y 100 micras, tal como entre 15 micras y 50 micras. Estos nuevos compuestos producidos sin producto químico alguno (aparte de biomasa y agua) se pueden utilizar como modificadores de la reología y, al estar basados en celulosa, son totalmente biodegradables.
- El procedimiento presenta varias ventajas. El diseño permite que el procedimiento se integre completamente en una línea desde el inicio con la biomasa hasta la producción de compuestos de alta viscosidad. O el procedimiento podría separarse en varios módulos que podrían ubicarse en diferentes sitios geográficos.
- La materia prima de la biomasa se puede seleccionar de maderas duras, maderas blandas, residuos forestales, residuos agrícolas (tales como bagazo de caña de azúcar), desechos industriales, desechos de consumo o combinaciones de los mismos. En cualquiera de estos procedimientos, la materia prima puede incluir sacarosa. En algunas realizaciones con sacarosa presente en la materia prima, una mayoría de la sacarosa se recupera como parte de los azúcares fermentables.
- Algunas realizaciones de la invención permiten procesar "residuos agrícolas" que para los presentes propósitos pretenden incluir biomasa lignocelulósica asociada con cultivos alimentarios, pastos anuales, cultivos energéticos u otras materias primas renovables anualmente. Residuos agrícolas ejemplares incluyen, pero no se limitan a rastrojos de maíz, fibra de maíz, paja de trigo, bagazo de caña de azúcar, paja de arroz, paja de avena, paja de cebada, miscanthus, caña energética o combinaciones de los mismos. En determinadas realizaciones, el residuo agrícola es bagazo de caña de azúcar, bagazo de caña energética, paja de caña de azúcar o paja de caña energética.
- En algunas realizaciones, el procedimiento comprende, además, limpiar en seco o en húmedo la materia prima antes de la etapa (b). En algunas realizaciones, el procedimiento comprende, además, reducir el tamaño de la materia prima antes de la etapa (b). El procedimiento puede incluir reducción de tamaño, remojo en agua caliente, deshidratación, vaporización u otras operaciones, aguas arriba del digestor.
- La etapa (b) se lleva a cabo a una temperatura de digestión de aproximadamente 140 °C a aproximadamente 210 °C, tal como de aproximadamente 175 °C a aproximadamente 195 °C. La etapa (b) puede realizarse durante un tiempo de digestión de aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 45 minutos, tal como de aproximadamente 15 minutos a aproximadamente 30 minutos. La etapa (b) se puede realizar con una relación en peso líquido/sólido de aproximadamente 2 a aproximadamente 6, tal como aproximadamente 3, 3,5, 4, 4,5 o 5.
- En algunas realizaciones, la solución de reacción comprende vapor en forma saturada, sobrecalentada o sobresaturada. En algunas realizaciones, la solución de reacción comprende agua caliente.
- La presión en el recipiente presurizado se puede ajustar para mantener el licor acuoso como un líquido, vapor o una combinación de los mismos. Presiones ejemplares son aproximadamente 1 atm a aproximadamente 30 atm, tal como aproximadamente 3 atm, 5 atm, 10 atm o 15 atm.
- El tiempo de permanencia en fase sólida para el digestor (recipiente de extracción presurizado) puede variar desde aproximadamente 2 minutos hasta aproximadamente 4 horas, tal como aproximadamente 5 minutos hasta aproximadamente 1 hora. En determinadas realizaciones, el tiempo de permanencia en el digestor se controla para que sea de aproximadamente 5 a 15 minutos, tal como 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14 o 15 minutos. El tiempo de permanencia en fase líquida para el digestor puede variar desde aproximadamente 2 minutos hasta aproximadamente 4 horas, tal como aproximadamente 5 minutos hasta aproximadamente 1 hora. El tiempo de permanencia en fase de vapor para el digestor puede variar desde aproximadamente 1 minuto hasta aproximadamente 2 horas, por ejemplo, tal como aproximadamente 3 minutos hasta aproximadamente 30 minutos. Los tiempos de permanencia en la fase sólida, la fase líquida y la fase de vapor pueden ser todos aproximadamente iguales, o pueden controlarse independientemente de acuerdo con los principios de ingeniería del reactor (p. ej., estrategias de reciclaje y recirculación interna).
- En algunas realizaciones, el procedimiento comprende, además, una reducción de la presión de soplado en caliente de la corriente digerida, después de la etapa (b). Alternativamente, se puede emplear una reducción de la presión de soplado en frío de la corriente digerida, después de la etapa (b).
- Para reducir la presión, se puede situar un tanque de soplado entre el digestor y la unidad de refinado. En algunas realizaciones, el vapor se separa del tanque de soplado y se recupera calor de al menos parte del vapor. Opcionalmente, al menos parte del vapor se comprime y se devuelve al digestor, y/o al menos parte del vapor se purga del proceso. Téngase en cuenta que "tanque de soplado" debe interpretarse en sentido amplio para incluir no solo un tanque, sino cualquier otro aparato

o equipo capaz de permitir una reducción de presión en la corriente del proceso. Así, un tanque de soplado (o medio de soplado) puede ser un tanque, recipiente, sección de tubería, válvula, dispositivo de separación u otra unidad.

5 Cada uno de los refinadores mecánicos puede seleccionarse del grupo que consiste en un refinador de soplado en caliente, un refinador de material caliente, un refinador de disco, un refinador cónico, un refinador cilíndrico, un desfibrador en línea, un homogeneizador y combinaciones de los mismos. El tratamiento mecánico (refinado) puede emplear una o más técnicas conocidas tales como, pero no limitadas a molienda, trituración, batido, sonicación o cualquier otro medio para reducir el tamaño de las partículas de celulosa. Refinadores de este tipo son bien conocidos en la industria e incluyen, sin limitación, batidores Valley, refinadores de disco único, refinadores de disco doble, refinadores cónicos, incluyendo tanto de ángulo amplio como de ángulo estrecho, refinadores cilíndricos, homogeneizadores, microfluidizadores y otros aparatos de molienda o trituración similares. Véase, por ejemplo, Smook, Handbook for Pulp & Paper Technologists, Tappi Press, 1992.

10 El refinado se puede realizar en un amplio intervalo de concentraciones de sólidos (consistencia), incluyendo desde aproximadamente 2 % hasta aproximadamente 50 % de consistencia, tal como aproximadamente 3 %, 4 %, 5 %, 6 %, 7 %, 8 %, 9 %, 10 %, 11 %, 12 %, 15 %, 20 %, 30 %, 35 % o 40 % de consistencia.

15 Cada uno de los refinadores mecánicos puede configurarse para transferir de aproximadamente 20 a aproximadamente 200 kW/tonelada (es decir, kW de potencia de refinado por tonelada de fibra, en base a la fase sólida que se convierte en la corriente refinada). En determinadas realizaciones, el refinador mecánico está configurado para transferir de aproximadamente 75 a aproximadamente 150 kW de potencia de refinado por tonelada de fibra. Por ejemplo, un refinador mecánico con placas se puede ajustar cambiando el tipo de placa, la separación, la velocidad, etc. para lograr estas entradas de energía.

20 El alcance del tratamiento mecánico se puede controlar durante el procedimiento mediante cualquiera de varios medios. Determinados instrumentos ópticos pueden proporcionar datos continuos relacionados con las distribuciones de longitud de fibra y el % de finos, cualquiera de los cuales puede utilizarse para definir puntos finales para la etapa de tratamiento mecánico. El tiempo, la temperatura y la presión pueden variar durante el tratamiento mecánico. Por ejemplo, en algunas realizaciones, se puede utilizar sonicación durante un tiempo de aproximadamente 5 minutos a 2 horas, a temperatura y presión ambiente.

25 En algunas realizaciones, una parte de los sólidos ricos en celulosa se convierte en fibrilada y/o gelificada, mientras que el resto de los sólidos ricos en celulosa no están fibrilados y/o gelificados. En diversas realizaciones, aproximadamente el 10 %, 20 %, 30 %, 40 %, 50 %, 60 %, 70 %, 80 %, 90 %, 95 %, 99 %, o sustancialmente todos los sólidos ricos en celulosa están fibrilados y/o gelificados.

30 La primera unidad de refinado de alta intensidad puede utilizar, por ejemplo, discos o una placa cónica. En algunas realizaciones, la primera unidad de refinado de alta intensidad transfiere energía a los sólidos ricos en celulosa en una cantidad de aproximadamente 20 kW/tonelada a aproximadamente 200 kW/tonelada (base completamente seca), tal como de aproximadamente 75 kW/tonelada a aproximadamente 150 kW/tonelada (base completamente seca).

En algunas realizaciones, el lavado en la etapa (d) se realiza a una temperatura de aproximadamente 18 °C a aproximadamente 95 °C, tal como de aproximadamente 70 °C a aproximadamente 80 °C. El lavado en la etapa (d) puede utilizar una prensa de tornillo presurizada.

35 En algunas realizaciones, la segunda unidad de refinado de alta intensidad utiliza discos o una placa cónica. La primera y segunda unidades de refinado de alta intensidad tienen preferiblemente diferentes patrones con diferentes dimensiones de ranura y dique. En algunas realizaciones, la segunda unidad de refinado de alta intensidad transfiere energía a los sólidos de celulosa refinados lavados en una cantidad de aproximadamente 20 kW/tonelada a aproximadamente 200 kW/tonelada (base completamente seca), tal como de aproximadamente 75 kW/tonelada a aproximadamente 150 kW/tonelada (base completamente seca).

40 En algunas realizaciones, el homogeneizador de alto cizallamiento (u otra operación unitaria capaz de impartir cizallamiento) transfiere una fuerza de cizallamiento equivalente a una fuerza de corte producida bajo una presión de aproximadamente 1.000 psig (69 bares) a aproximadamente 50.000 psig (3447 bares), tal como aproximadamente 10.000 psig (689 bares) a aproximadamente 25.000 psig (1723 bares).

45 Los sólidos de celulosa refinada lavados se pueden almacenar durante un período de tiempo antes de la etapa (e), que se puede realizar en una ubicación diferente a las etapas (a)-(d). En algunas realizaciones, la etapa (f) no se realiza en una ubicación diferente a las etapas (a)-(e).

50 En algunas realizaciones, el modificador de la reología derivado de biomasa puede caracterizarse por un tamaño de partícula (p. ej., longitud de fibra o fibrilla o longitud eficaz) de aproximadamente 1 micra a aproximadamente 100 micras, tal como de aproximadamente 1 micra a aproximadamente 50 micras. En determinadas realizaciones, la mayoría (tal como aproximadamente el 50 %, 60 %, 70 %, 80 %, 90 % o 95 %) de las partículas están en el intervalo de tamaño de 10-15 micras. El modificador de la reología derivado de biomasa puede incluir partículas menores que 5 micras, tales como 4, 3, 2, 1 micra o menos (es decir, nanopartículas). La anchura de las partículas puede ser inferior a 1 micra. Pueden estar presentes partículas mayores que 100 micras, tales como 150, 200, 250, 300, 400, 500 micras o más.

55 En algunas realizaciones, el modificador de la reología derivado de biomasa puede caracterizarse por un tamaño de partícula (p. ej., longitud o longitud eficaz) inferior a aproximadamente 10 micras, tal como aproximadamente 9, 8, 7, 6, 5, 4, 3, 2, 1

- micra o menos. En determinadas realizaciones, la longitud de las partículas de nanocelulosa es aproximadamente 900, 800, 700, 600, 500, 400, 300, 200, 100 nm o menos. En estas u otras realizaciones (incluyendo longitudes superiores a 1 micra), el diámetro de las partículas de nanocelulosa puede ser de aproximadamente 3 nm a aproximadamente 1000 nm, tal como de aproximadamente 5 nm a aproximadamente 500 nm, o de aproximadamente 10 nm a aproximadamente 200 nm o aproximadamente 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400 o 450 nm. En algunas de estas realizaciones, las nanopartículas (o una porción de ellas) pueden caracterizarse como nanocristales.
- Los compuestos modificadores de la reología son principalmente polímeros basados en celulosa, con una cierta forma microcristalina tal como nanocelulosa que incluye algo de la lignina de la biomasa inicial en la estructura. En algunas realizaciones, las propiedades del compuesto son predominantemente hidrófilas, lo que permite una fuerte estabilidad del fluido de perforación a base de agua y de los fluidos de fracturación a base de agua. En algunas realizaciones con contenido de lignina y un refinado de alta intensidad adecuado, los compuestos son hidrófobos, moderadamente hidrófobos o una combinación de hidrófilos e hidrófobos.
- La presente divulgación proporciona una formulación o aditivo de fluido de fracturación hidráulica a base de agua que comprende un modificador de la reología derivado de biomasa producido de acuerdo con los procedimientos descritos en esta memoria.
- La presente divulgación proporciona una formulación o aditivo de fluido de fracturación hidráulica a base de aceite que comprende un modificador de la reología derivado de biomasa producido de acuerdo con los procedimientos descritos en esta memoria.
- La presente divulgación proporciona una formulación o aditivo de fluido de perforación a base de agua que comprende un modificador de la reología derivado de biomasa producido de acuerdo con los procedimientos descritos en esta memoria.
- La presente divulgación proporciona una formulación o aditivo de fluido de perforación a base de aceite que comprende un modificador de la reología derivado de biomasa producido de acuerdo con los procedimientos descritos en esta memoria.
- El procedimiento puede incluir, además, la eliminación de uno o más inhibidores de la fermentación (tales como ácido acético o furfural) mediante extracción. Esta extracción se puede realizar tratando la corriente de celulosa hidrolizada, antes de la fermentación. Alternativa o adicionalmente, la extracción se puede realizar en una corriente después de la digestión, tal como en la línea de soplado.
- El procedimiento en algunas realizaciones comprende, además, una etapa de fermentar los azúcares fermentables contenidos en la fase líquida derivada de la digestión inicial para dar un producto de fermentación diluido. El procedimiento puede comprender, además, la concentración y purificación del producto de fermentación. El producto de fermentación puede seleccionarse de etanol, n-butanol, 1,4-butanodiol, ácido succínico, ácido láctico o combinaciones de los mismos, por ejemplo. Además, se puede eliminar una corriente sólida que contiene lignina, ya sea antes de la fermentación o después de la fermentación.
- Una etapa puede incluir el acondicionamiento del hidrolizado para eliminar algunos o la mayoría de los ácidos volátiles y otros inhibidores de la fermentación. La evaporación puede incluir evaporación instantánea o extracción para eliminar el dióxido de azufre, si está presente, antes de eliminar los ácidos volátiles. La etapa de evaporación se realiza preferiblemente por debajo del pH de disociación del ácido acético de 4,8, y lo más preferiblemente a un pH seleccionado de aproximadamente 1 a aproximadamente 2,5. En algunas realizaciones, se pueden emplear etapas de evaporación adicionales. Estas etapas de evaporación adicionales pueden realizarse en condiciones diferentes (p. ej., temperatura, presión y pH) con respecto a la primera etapa de evaporación.
- En algunas realizaciones, algunos o todos los ácidos orgánicos evaporados pueden reciclarse, como vapor o condensado, a la primera etapa (etapa de cocción) para ayudar en la eliminación de hemicelulosas o minerales de la biomasa. Este reciclaje de ácidos orgánicos, tales como el ácido acético, puede optimizarse junto con las condiciones del procedimiento que pueden variar dependiendo de la cantidad reciclada, para mejorar la eficacia de la cocción.
- Una etapa puede incluir recuperar azúcares fermentables, que pueden almacenarse, transportarse o procesarse. Una etapa puede incluir fermentar los azúcares fermentables hasta obtener un co-producto (siendo el producto principal modificadores de la reología).
- Una etapa puede incluir preparar residuos sólidos (que contienen lignina) para la combustión. Esta etapa puede incluir refinar, moler, fluidizar, compactar y/o peletizar la biomasa extraída y seca. Los residuos sólidos se pueden alimentar a una caldera en forma de polvo fino, fibra suelta, gránulos, briquetas, productos extrudidos o cualquier otra forma adecuada. Utilizando equipos conocidos, se pueden extrudir residuos sólidos a través de una cámara presurizada para formar gránulos o briquetas de tamaño uniforme.
- Después de la fermentación, los sólidos residuales (tales como productos de fondo de la destilación) se pueden recuperar o quemar en forma sólida o en suspensión, o reciclar para combinarlos en los gránulos de biomasa. El uso de los sólidos residuales de la fermentación puede requerir una eliminación adicional de minerales. Generalmente, los sólidos sobrantes se pueden utilizar para quemar, después de concentrar los productos de fondo de la destilación.

Alternativa, o adicionalmente, el procedimiento puede incluir recuperar los sólidos residuales como un coproducto de fermentación en forma sólida, líquida o en suspensión. El co-producto de fermentación se puede utilizar como un fertilizante o componente de fertilizante, ya que típicamente será rico en potasio, nitrógeno y/o fósforo.

5 El procedimiento puede ser continuo, semicontinuo o discontinuo. Cuando es continuo o semicontinuo, la columna de extracción puede funcionar en contracorriente, en paralelo o en una combinación de ambas.

El procedimiento puede comprender, además, blanquear los sólidos ricos en celulosa antes de una etapa de refinado y/o como parte del refinado. Alternativa, o adicionalmente, el procedimiento puede comprender, además, blanquear el material refinado, el material gelificado o el material homogeneizado. Puede emplearse cualquier tecnología o secuencia de blanqueo conocida, incluido el blanqueo enzimático.

10 Modificadores de la reología proporcionados en esta memoria pueden incorporarse en fluidos de perforación, aditivos de fluidos de perforación, fluidos de fracturación y aditivos de fluidos de fracturación. Los modificadores de la reología pueden estar presentes en una amplia diversidad de concentraciones, tales como desde aproximadamente 0,001 % en peso hasta aproximadamente 10 % en peso o más, p. ej., aproximadamente 0,01 % en peso, 0,05 % en peso, 0,1 % en peso, 0,5 % en peso, 1 % en peso o 2 % en peso.

15 La invención, en algunas variaciones, se refiere a un grupo de compuestos celulósicos que podrían utilizarse en diferentes aplicaciones. Una de las aplicaciones es utilizarlos como potenciadores de productos de fluidos de perforación. Los modificadores de la reología pueden cumplir una o más funciones en los fluidos de perforación. Por ejemplo, el modificador de la reología puede servir como un agente gelificante para aumentar la viscosidad, o como un viscosificante en general. El modificador de la reología puede servir como reductor de fricción. Además, los modificadores de la reología pueden ser polímeros perforadores, desplazando a otros polímeros o añadiéndolos.

20 Los fluidos de perforación son fluidos utilizados en la perforación en las industrias del gas natural y del petróleo, así como en otras industrias que utilizan grandes equipos de perforación. Los fluidos de perforación se utilizan para lubricar, proporcionar presión hidrostática, mantener la broca fría y mantener el orificio lo más limpio posible de recortes de perforación. Los modificadores de la reología proporcionados en esta memoria son adecuados como aditivos para estos fluidos de perforación.

25 En algunas realizaciones, estas composiciones modificadoras de la reología proporcionan una o más de las siguientes funciones o ventajas:

- Viscosificadores poliméricos
- Adelgazamiento por cizallamiento predecible
- Modificadores de la reología para potenciar la eficacia de la perforación

30 • Proporcionar una mayor viscosidad del fluido de fracturación

- Proporcionar una menor pérdida por fricción, lo que aumentará la tasa de penetración al reducir la presión de inyección y, por lo tanto, potencia la reducción del tiempo de fracturación.
- Adelgazamiento por cizallamiento
- Agentes gelificantes

35 • Geles lineales

- Productos reticulados estables
- Reductores de la fricción
- Proporcionar un mejor rendimiento del transporte de apuntalante y para la limpieza de pozos
- Biodegradable

40 • Producido a partir de biomasa.

En algunas realizaciones, se pueden usar enzimas como "rompedores" con las composiciones, para descomponer los modificadores de la reología después de algún período de tiempo o bajo ciertas condiciones (p. ej., temperatura o pH).

45 En algunas realizaciones, se incorporan lignosulfonatos para potenciar la lubricidad en aplicaciones de perforación. Además, la capacidad de los lignosulfonatos para reducir la viscosidad de los lodos minerales puede ser beneficiosa en los lodos de perforación petrolera.

En algunas realizaciones se incorporan a las composiciones lignina nativa o lignina no sulfonada, o derivados de lignina no sulfonada.

- Algunas realizaciones proporcionan un aditivo para fluido de perforación que comprende modificadores de la reología.
- Algunas realizaciones proporcionan un aditivo para fluido de perforación que comprende modificadores de la reología, en donde el aditivo comprende, además, lignosulfonatos.
- 5 Algunas realizaciones proporcionan un aditivo para fluido de perforación que comprende modificadores de la reología, en donde el aditivo comprende, además, lignina no sulfonada.
- Algunas realizaciones proporcionan un aditivo para fluido de perforación que comprende modificadores de la reología, en donde el aditivo comprende, además, un agente reticulante.
- Algunas realizaciones proporcionan un aditivo para fluido de perforación que comprende modificadores de la reología reticulados y lignosulfonatos.
- 10 Algunas realizaciones proporcionan fluidos de perforación que comprenden los aditivos del fluido de perforación como se describe. El fluido de perforación puede ser un fluido de perforación a base de agua, un fluido de perforación a base de aceite o un fluido de perforación híbrido a base de agua/a base de aceite.
- En diversas realizaciones, el fluido de perforación comprende, además, uno o más de un material de peso derivado de biomasa, un agente de control de la filtración derivado de biomasa, un agente de control de la reología derivado de biomasa, un agente de control del pH derivado de biomasa, un material de pérdida de circulación derivado de biomasa, un modificador de actividad de la superficie derivado de biomasa, un lubricante derivado de biomasa y un floculante derivado de biomasa y/o un estabilizador derivado de biomasa.
- 15 En algunas variaciones, la invención proporciona un método para utilizar un aditivo para fluido de perforación, comprendiendo el método combinar un aditivo para fluido de perforación como se describe en un fluido base para generar un fluido de perforación. En algunas variaciones, la invención proporciona un método que comprende introducir un aditivo de fluido de perforación descrito directa o indirectamente en una formación geológica.
- 20 En algunas variaciones, un método de perforación incluye introducir un aditivo para fluido de perforación directa o indirectamente en una formación geológica, en donde el aditivo de fluido de perforación incluye una enzima para desgelificar en condiciones eficaces. En variaciones relacionadas, un método de perforación incluye introducir un aditivo para fluido de perforación directa o indirectamente en una formación geológica y luego introducir una enzima para desgelificar en condiciones eficaces.
- 25 Algunas variaciones proporcionan un procedimiento para producir un aditivo para fluido de perforación, comprendiendo el procedimiento refinar biomasa en condiciones de pretratamiento eficaces y condiciones de refinamiento para generar un aditivo para fluido de perforación como se describe. En algunas realizaciones, las condiciones de pretratamiento eficaces incluyen la generación de ácidos lignosulfónicos. Opcionalmente, al menos una parte de los ácidos lignosulfónicos no se elimina y permanece presente en el aditivo para fluido de perforación. En determinadas realizaciones, el aditivo para fluido de perforación comprende una suspensión líquida derivada del procedimiento. Por ejemplo, la suspensión puede contener modificadores de la reología derivados de la biomasa, así como agua y productos químicos de pretratamiento (tales como ácidos, disolventes, etc.).
- 30 Otra aplicación de estas composiciones es utilizarlas como potenciadores de productos de fluidos de fracturación hidráulica. Las mejoras en este propósito se deben particularmente a su impacto en la reducción de la fricción, en un mejor bombeo de apuntalantes a mayor velocidad, a presión reducida y con una viscosidad predecible a altas temperaturas. Adicionalmente, estos productos son totalmente biodegradables; se producen a partir de biomasa y son menos susceptibles a incrustaciones biológicas como podrían ser otros productos tales como los derivados del galactomanano.
- 35 Modificadores de la reología pueden reticularse para una gelificación robusta en fluidos de fracturación. En algunas realizaciones, la reticulación de modificadores de la reología proporciona un gel más fuerte con más hidratación.
- Se pueden utilizar cenizas derivadas de biomasa (de la estructura de biomasa) o arena (del lavado) como apuntalante, para desplazar la sílice extraída.
- La presente invención, en otras variaciones, proporciona aditivos para fluidos de fracturación.
- 45 Algunas realizaciones proporcionan un aditivo para fluido de fracturación que comprende modificadores de la reología.
- Algunas realizaciones proporcionan un aditivo para fluido de fracturación que comprende modificadores de la reología, en donde el aditivo comprende, además, lignosulfonatos.
- Algunas realizaciones proporcionan un aditivo para fluido de fracturación que comprende modificadores de la reología, en donde el aditivo comprende, además, lignina no sulfonada.
- 50 Algunas realizaciones proporcionan un aditivo para fluido de fracturación que comprende modificadores de la reología, en donde el aditivo comprende, además, un agente reticulante.

Algunas realizaciones proporcionan un aditivo para fluido de fracturación que comprende modificadores de la reología reticulados y lignosulfonatos.

Algunas realizaciones proporcionan un fluido de fracturación que comprende el aditivo para fluido de fracturación como se describe. El fluido de fracturación puede ser un fluido de fracturación a base de agua, un fluido de fracturación a base de aceite o un fluido de fracturación híbrido a base de agua/aceite.

El fluido de fracturación puede incluir, además, aparte de un aditivo para fluido de fracturación descrito, uno o más de un ácido derivado de biomasa (tal como ácido acético, ácido fórmico, ácido levulínico y/o ácido lignosulfónico), un inhibidor de la corrosión derivado de biomasa (tal como lignina o un derivado de lignina), un reductor de fricción derivado de biomasa (tal como lignosulfonato o un derivado de lignosulfonato), un agente de control de arcilla derivado de biomasa, un agente reticulante derivado de biomasa, un inhibidor de incrustaciones derivado de biomasa, un rompedor derivado de biomasa, un agente de control de hierro derivado de biomasa, un biocida derivado de biomasa (p. ej., hidrolizado de biomasa) y/o una fuente de agua reciclada o recuperada derivada de biorrefinería. Típicamente, el fluido de fracturación porta, incluye o está destinado a combinarse con un apuntalante, que puede ser un apuntalante derivado de biomasa (tal como ceniza contenida en la estructura de la biomasa y/o arena, ceniza o tierra recogida con biomasa).

Algunas variaciones descritas en esta memoria proporcionan un método para utilizar un aditivo para fluido de fracturación, comprendiendo el método combinar un aditivo para fluido de fracturación descrito en un fluido base para generar un fluido de fracturación. Algunos métodos incluyen introducir directa o indirecta un aditivo para fluido de fracturación en una formación geológica.

En algunas variaciones, un procedimiento para producir un aditivo para fluido de fracturación comprende refinar biomasa en condiciones de pretratamiento eficaces y condiciones de refinación para generar un aditivo para fluido de fracturación como se describe. En algunas realizaciones, las condiciones de pretratamiento incluyen la generación de ácidos lignosulfónicos, que opcionalmente no se eliminan por completo y están presentes en el aditivo para fluido de fracturación. En algunas realizaciones, el aditivo para fluido de fracturación comprende una suspensión líquida derivada del procedimiento. Por ejemplo, la suspensión puede contener modificadores de la reología derivados de la biomasa, así como agua y productos químicos de pretratamiento (p. ej., disolventes, ácidos, bases, etcétera).

Los modificadores de la reología de algunas realizaciones se caracterizan por un grado promedio de polimerización de celulosa de aproximadamente 100 a aproximadamente 2000, tal como de aproximadamente 400 a aproximadamente 1200 o de aproximadamente 500 a aproximadamente 800. En determinadas realizaciones, los modificadores de la reología están libres de enzimas.

La presente divulgación, aunque está dirigida a modificadores de la reología para uso como aditivos y diversas composiciones, no se limita a modificadores de la reología. El material producido mediante las múltiples etapas de refinado (después del pretratamiento de la biomasa) como se describe, puede utilizarse en una amplia diversidad de aplicaciones. Por ejemplo, el modificador de la reología se puede incorporar en un producto seleccionado del grupo que consiste en un objeto estructural, una espuma, un aerogel, un material compuesto polimérico, un material compuesto de carbono, una película, un recubrimiento, un precursor de recubrimiento, un portador de corriente o tensión, un filtro, una membrana, un catalizador, un sustrato de catalizador, un aditivo de revestimiento, un aditivo de pintura, un aditivo adhesivo, un aditivo de cemento, un revestimiento de papel, un agente espesante, un modificador reológico, un aditivo para un fluido de perforación, y combinaciones o derivados de los mismos.

Algunas realizaciones proporcionan productos con aplicaciones para sensores, catalizadores, materiales antimicrobianos, capacidades de transporte de corriente y almacenamiento de energía. Los cristales de celulosa tienen la capacidad de ayudar en la síntesis de cadenas metálicas y semiconductoras.

Algunas realizaciones proporcionan materiales compuestos que contienen celulosa refinada y un material que contiene carbono, tal como (pero no limitado a) lignina, grafito, grafeno o aerogeles de carbono.

Los cristales de celulosa pueden acoplarse con las propiedades estabilizantes de los tensioactivos y explotarse para la fabricación de arquitecturas de diversos materiales semiconductores.

La superficie reactiva de grupos laterales -OH en instalaciones de celulosa refinada facilita el injerto de especies químicas para lograr diferentes propiedades de la superficie. La funcionalización de la superficie permite adaptar la química de la superficie de las partículas para facilitar el autoensamblaje, la dispersión controlada dentro de una amplia gama de polímeros de matriz y el control de la fuerza de unión entre partículas y entre partículas y matriz. Los materiales compuestos pueden ser transparentes, tener resistencias a la tracción mayores que el hierro fundido y tener un coeficiente de expansión térmica muy bajo. Aplicaciones potenciales incluyen, pero no se limitan a películas de barrera, películas antimicrobianas, películas transparentes, pantallas flexibles, cargas de refuerzo para polímeros, implantes biomédicos, productos farmacéuticos, administración de fármacos, fibras y textiles, plantillas para componentes electrónicos, membranas de separación, baterías y supercondensadores, polímeros electroactivos y muchos otros.

Otras aplicaciones adecuadas para la presente invención incluyen polímeros reforzados, adhesivos, fibras hiladas y textiles de alta resistencia, materiales compuestos avanzados, películas para barrera y otras propiedades, aditivos para revestimientos, pinturas, lacas, adhesivos, dispositivos ópticos conmutables, productos farmacéuticos y sistemas de administración de

medicamentos, reemplazo de huesos y reparación de dientes, papel mejorado, productos de embalaje y construcción, aditivos para alimentos y catalizadores cosméticos e hidrogeles.

5 Materiales compuestos aeroespaciales y de transporte pueden beneficiarse de estos modificadores de la reología. Las aplicaciones automotrices incluyen compuestos de celulosa con polipropileno, poliamida (p. ej., nailon) o poliésteres (p. ej., PBT).

Los modificadores de la reología proporcionados en esta memoria pueden ser adecuados como aditivos que mejoran la resistencia para materiales compuestos renovables y biodegradables. Las estructuras fibrilares celulósicas pueden funcionar como un aglutinante entre dos fases orgánicas para mejorar la tenacidad a la fractura y prevenir la formación de grietas para su aplicación en embalajes, materiales de construcción, electrodomésticos y fibras renovables.

10 Los modificadores de la reología proporcionados en esta memoria pueden ser aditivos y sustratos transparentes y dimensionalmente estables que potencian la resistencia para su aplicación en pantallas flexibles, circuitos flexibles, electrónica imprimible y paneles solares flexibles. La celulosa se incorpora al sustrato; las láminas se forman mediante filtración al vacío, se secan bajo presión y se calandran, por ejemplo. En una estructura laminar, la celulosa actúa como un pegamento entre los agregados de cargas. Las láminas calandradas formadas son lisas y flexibles.

15 Los modificadores de la reología proporcionados en esta memoria pueden ser adecuados para aditivos de materiales compuestos y cemento que permitan la reducción de grietas y una mayor tenacidad y resistencia. Los materiales híbridos de hormigón celular de celulosa espumado permiten estructuras livianas con mayor reducción de grietas y resistencia.

20 La mejora de la resistencia con celulosa aumenta tanto el área de unión como la fuerza de unión para la aplicación en papel y cartón de alta resistencia, alto volumen y alto contenido de cargas con propiedades mejoradas de barrera contra la humedad y el oxígeno. La industria de la pasta y el papel en particular puede beneficiarse de los modificadores de la reología proporcionados en esta memoria.

La celulosa porosa se puede utilizar para bioplásticos celulares, aislamientos y plásticos y membranas y filtros bioactivos. Los materiales de celulosa altamente porosos son generalmente de gran interés en la fabricación de medios de filtración, así como para aplicaciones biomédicas, p. ej., en membranas de diálisis.

25 Los modificadores de la reología proporcionados en esta memoria pueden ser adecuados como aditivos para mejorar la durabilidad de la pintura, protegiendo las pinturas y barnices del desgaste provocado por la radiación UV.

30 Los modificadores de la reología proporcionados en esta memoria son adecuados como agentes espesantes en productos alimenticios y cosméticos. Modificadores de la reología se pueden utilizar como espesantes tixotrópicos, biodegradables y dimensionalmente estables (estables frente a la temperatura y la adición de sal). Materiales modificadores de la reología proporcionados en esta memoria pueden ser adecuados como estabilizador Pickering para emulsiones y espumas estabilizadas con partículas.

El gran área de superficie de estos modificadores de la reología en combinación con su biodegradabilidad los convierte en materiales atractivos para aerogeles mecánicamente estables y altamente porosos.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir un material de nanocelulosa, comprendiendo dicho procedimiento:
 - (a) proporcionar una materia prima de biomasa lignocelulósica;
 - (b) digerir dicha materia prima con una solución de reacción que consiste esencialmente en (i) vapor y/o (ii) agua caliente en un digestor en condiciones de reacción eficaces para producir una corriente digerida que contiene sólidos ricos en celulosa, oligómeros de hemicelulosa y lignina, en donde la etapa (b) se lleva a cabo a una temperatura de digestión de 140 °C a 210 °C;
 - (c) opcionalmente lavar dichos sólidos ricos en celulosa para eliminar al menos una parte de dichos oligómeros de hemicelulosa y/o al menos una parte de dicha lignina de dichos sólidos ricos en celulosa;
 - (d) tratar mecánicamente dichos sólidos ricos en celulosa para formar un material de nanocelulosa que contiene nanofibrillas de celulosa y/o nanocristales de celulosa; y
 - (e) recuperar dicho material de nanocelulosa.
2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la etapa (d):
 - (i) incluye refinado en disco seguido de homogeneización de dichos sólidos ricos en celulosa; o
 - (ii) se realiza con una consistencia de sólidos de al menos 10 % en peso; o
 - (iii) utiliza un refinador de línea de soplado, opcionalmente con reducción de la presión.
3. El procedimiento de la reivindicación 1, comprendiendo además dicho procedimiento explotar fibras de celulosa contenidas en dichos sólidos ricos en celulosa.
4. El procedimiento de la reivindicación 1, comprendiendo además dicho procedimiento el tratamiento de dichos sólidos ricos en celulosa con:
 - (i) una o más enzimas; o
 - (ii) uno o más ácidos, en donde dichos uno o más ácidos se seleccionan del grupo que consiste en dióxido de azufre, ácido sulfuroso, ácido lignosulfónico, ácido acético, ácido fórmico y combinaciones de los mismos.
5. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que las etapas (b)-(d) no emplean enzimas ni ácidos añadidos externamente.
6. El procedimiento de la reivindicación 1, comprendiendo además dicho procedimiento blanquear dichos sólidos ricos en celulosa y/o dicho material de nanocelulosa.
7. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicho material de nanocelulosa comprende:
 - (i) dichas nanofibrillas de celulosa; o
 - (ii) una mezcla de dichas nanofibrillas de celulosa y dichos nanocristales de celulosa.
8. El procedimiento de la reivindicación 1, comprendiendo además dicho procedimiento recuperar, fermentar o tratar adicionalmente azúcares hemicelulósicos derivados de dichos oligómeros de hemicelulosa.
9. El procedimiento de la reivindicación 1, comprendiendo además dicho procedimiento hidrolizar una parte de dichos sólidos ricos en celulosa en glucosa, recuperar dicha glucosa y, opcionalmente, fermentar dicha glucosa hasta obtener un producto de fermentación.
10. El procedimiento de la reivindicación 1, comprendiendo además dicho procedimiento recuperar, quemar o tratar adicionalmente dicha lignina.
11. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicho material de nanocelulosa es al menos parcialmente hidrófobo debido a la presencia de lignina.
12. El procedimiento de la reivindicación 1, comprendiendo además dicho procedimiento convertir químicamente dicho material de nanocelulosa en uno o más derivados de nanocelulosa seleccionados del grupo que consiste en ésteres de nanocelulosa, éteres de nanocelulosa, ésteres de éter de nanocelulosa, compuestos de nanocelulosa alquilados, compuestos de nanocelulosa reticulados, compuestos de nanocelulosa funcionalizados con ácidos, compuestos de nanocelulosa funcionalizados con bases y combinaciones de los mismos.
13. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además utilizar el material de nanocelulosa producido para elaborar una formulación o un aditivo para fluido de fracturación hidráulica a base de agua o a base de aceite.

14. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además utilizar el material de nanocelulosa producido para elaborar una formulación o un aditivo para fluido de perforación a base de agua o a base de aceite.

15. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además utilizar el material de nanocelulosa producido para fabricar un material compuesto de polímero-nanocelulosa.

FIG. 1A

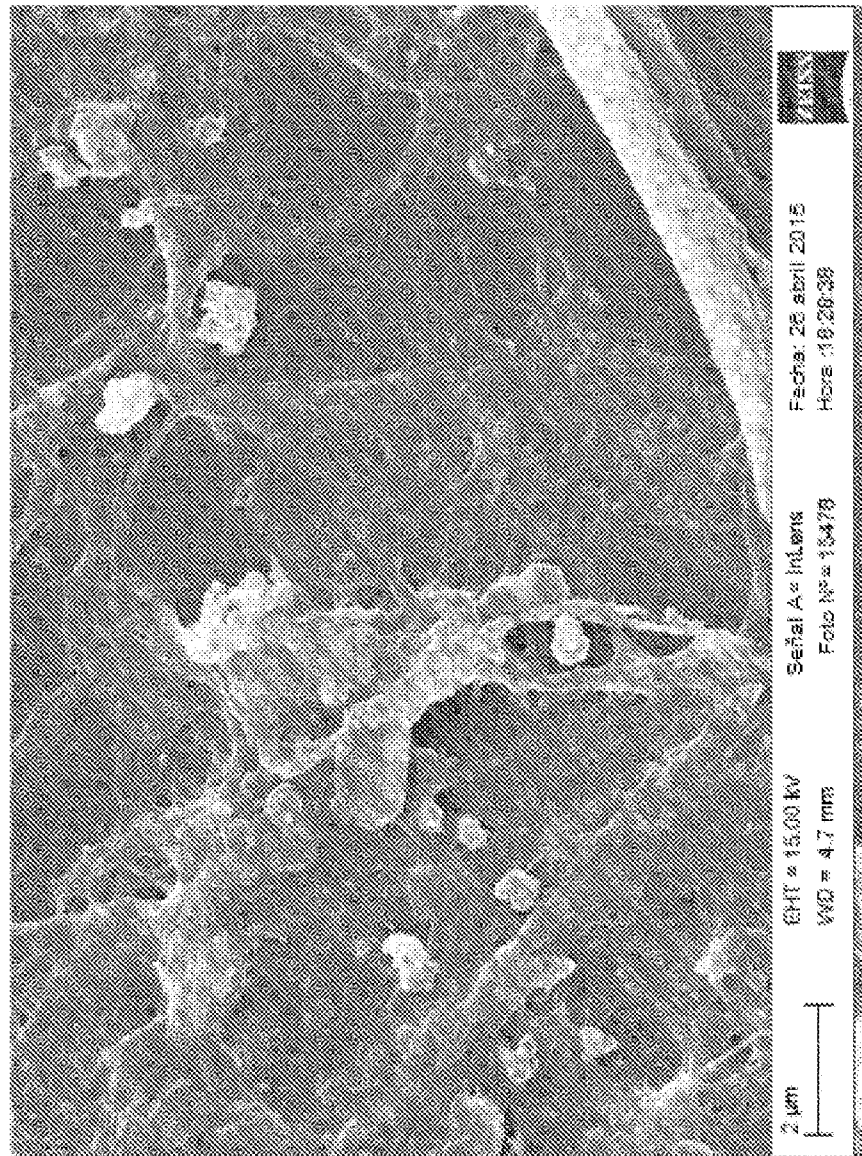


FIG. 1B

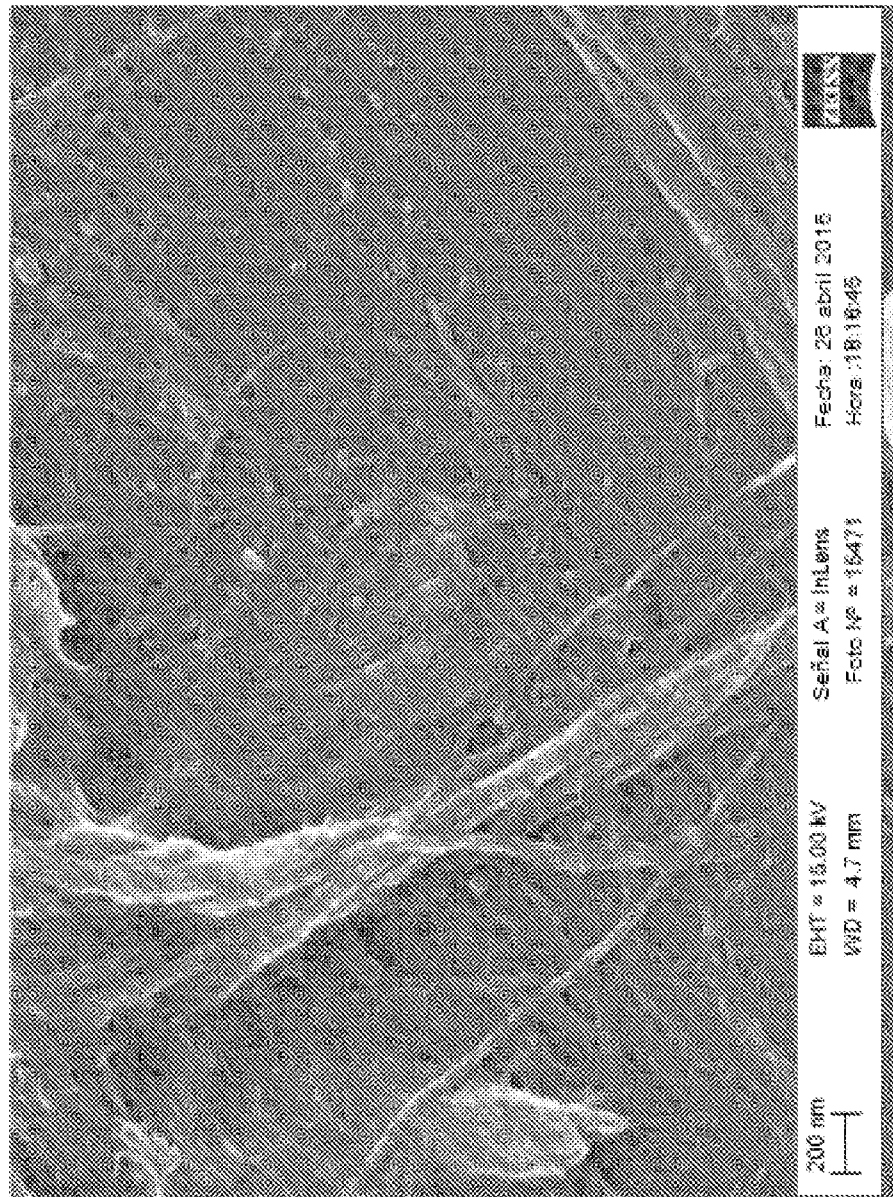


FIG. 1C

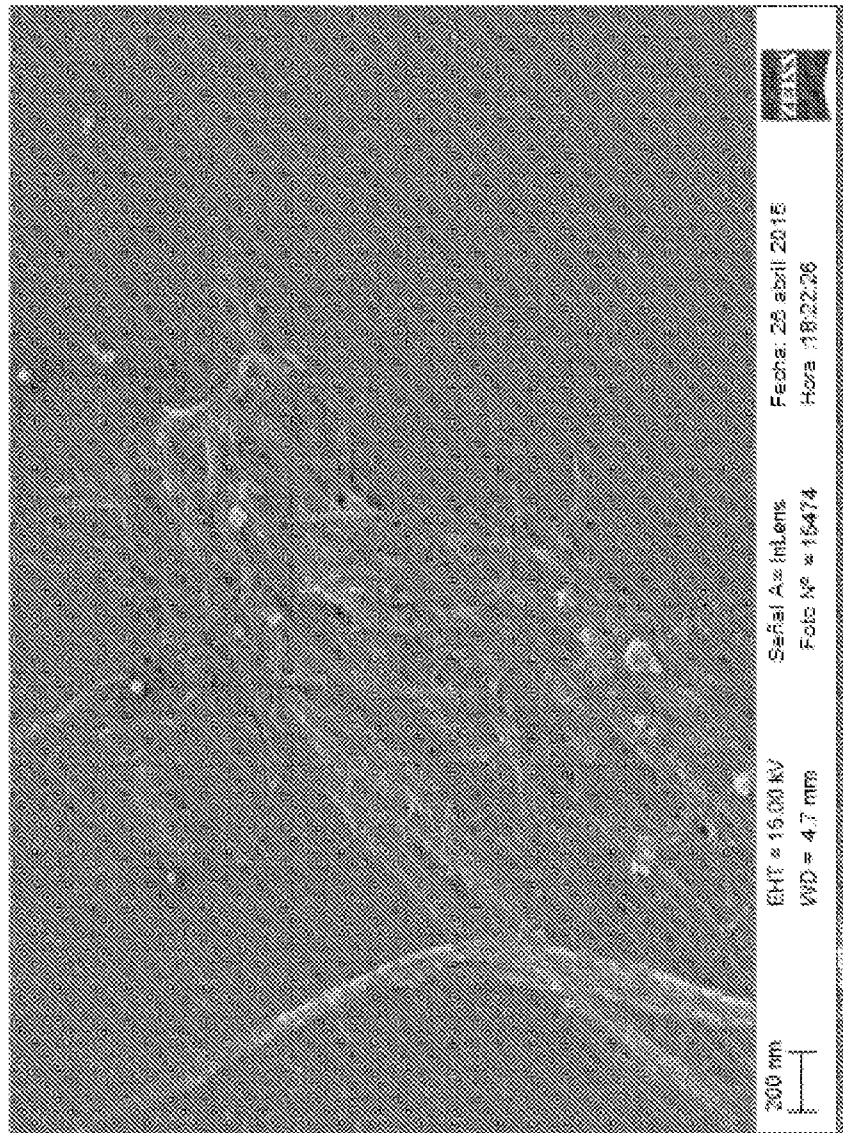


FIG. 2

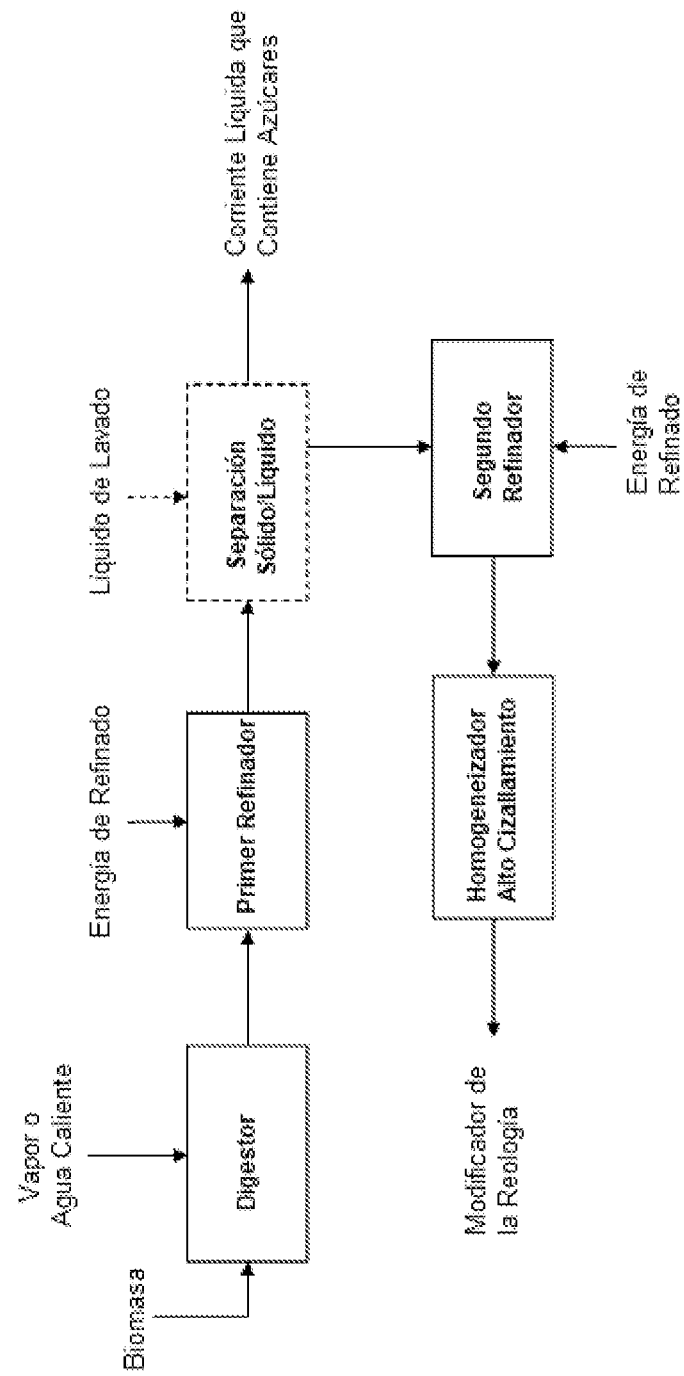


FIG. 3

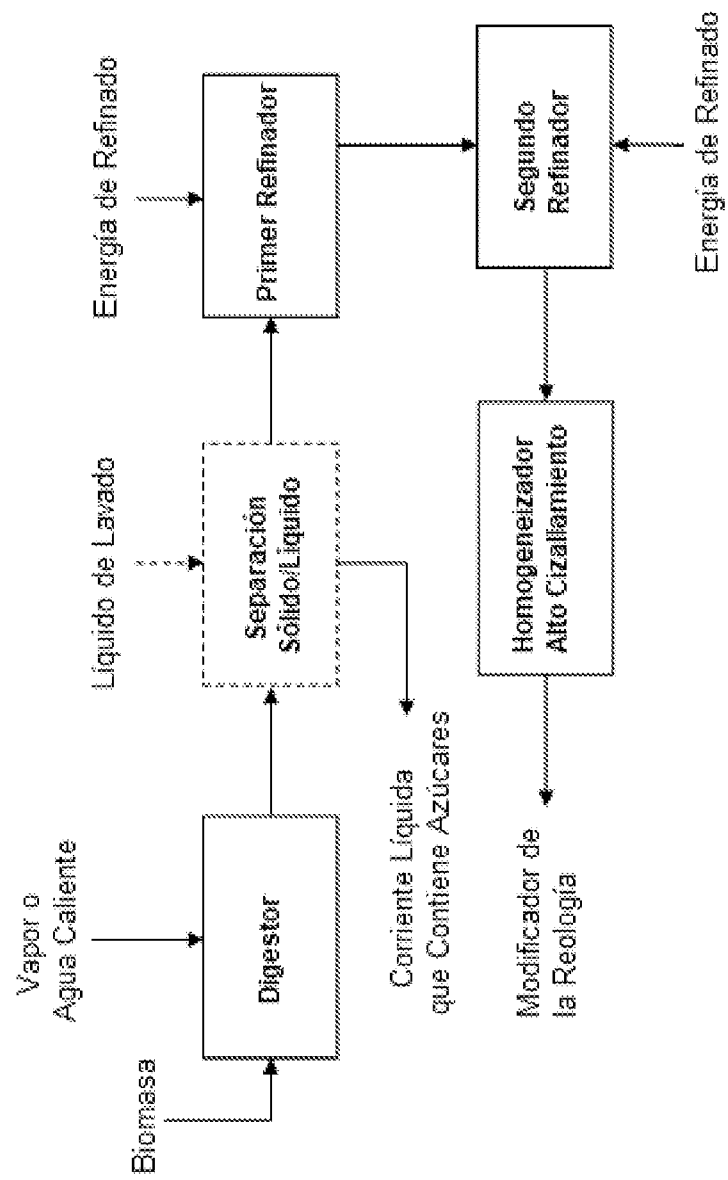


FIG. 4

